

# EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

Search Report

W1619-06

PUBLICATION NUMBER : 2003183765  
PUBLICATION DATE : 03-07-03

APPLICATION DATE : 19-12-01  
APPLICATION NUMBER : 2001386109

APPLICANT : HITACHI METALS LTD;

INVENTOR : TANIGUCHI TORU;

INT.CL. : C22C 33/04 B22D 23/10 C21D 8/00 C22C 38/00 C22C 38/14

TITLE : METHOD FOR MANUFACTURING HIGH-CLEANLINESS MARAGING STEEL

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a manufacturing method for high-cleanliness maraging steel, which can reduce the numbers and the sizes of oxide-based non-metallic inclusions such as Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and non-metallic inclusions such as TiN, TiCN and AlN remaining in the maraging steel, in order to enhance fatigue strength of a maraging steel, in high cycle fatigue exceeding the 7th powder of ten times.

SOLUTION: The method for manufacturing the high cleanliness maraging steel employs an electroslag remelting method in order to make the maximum length of the non-metallic inclusions to be 20 µm or less, wherein the condition in the electroslag remelting method makes an A value in accordance with the expression: A value [A/mm]=(applied current)/(a minor diameter of a mold), to be 15 A/mm or larger.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-183765

(P2003-183765A)

(43)公開日 平成15年7月3日(2003.7.3)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 22 C 33/04  
B 22 D 23/10  
C 21 D 8/00  
C 22 C 38/00  
38/14

識別記号

550

302

F I  
C 22 C 33/04  
B 22 D 23/10  
C 21 D 8/00  
C 22 C 38/00  
38/14

テマコード(参考)  
M 4K032  
550  
D  
302N

審査請求 有 請求項の数 3 O.L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2001-386109(P2001-386109)

(22)出願日 平成13年12月19日(2001.12.19)

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72)発明者 藤田 悅夫

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属  
株式会社冶金研究所内

(72)発明者 三嶋 節夫

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属  
株式会社安来工場内

(72)発明者 谷口 徹

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属  
株式会社安来工場内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 高清淨マルエージング鋼の製造方法

(57)【要約】

【課題】 マルエージング鋼の10の7乗回を超える高サイクル疲労における疲労強度を高めるために、マルエージング鋼中に残留する、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAIN等の非金属介在物を少なく且つ大きさを小さくできる高清淨マルエージング鋼の製造方法を提供する。

【解決手段】 エレクトロスラグ再溶解を行い、非金属介在物の最大長が20μm以下とする高清淨マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下式に従うA値が15A/mm以上になるようにすることを特徴とする高清淨マルエージング鋼の製造方法。

A値[A/mm] = (投入電流)/(モールド内径)

## 【本許請求の範囲】

【請求項1】 エレクトロスラグ再溶解を行い、非金属介在物の最大長が $20\mu\text{m}$ 以下とする高清淨マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下式に従うA値が $15\text{A/mm}$ 以上になるようにすることを特徴とする高清淨マルエージング鋼の製造方法。

$$\text{A値}[\text{A/mm}] = (\text{投入電流}) / (\text{モールド内径})$$

【請求項2】 エレクトロスラグ再溶解を行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、 $1000\sim1300^\circ\text{C}$ で少なくとも5時間以上の保持を行うことを特徴とする請求項1に記載の高清淨マルエージング鋼の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2に記載のマルエージング鋼は、質量%で、C: $0.01\%$ 以下、Ni: $8.0\sim22.0\%$ 、Co: $5.0\sim20.0\%$ 、Mo: $2.09.0\%$ 、Ti: $2.0\%$ 以下、Al: $1.7\%$ 以下、N: $0.003\%$ 以下、D: $0.002\%$ 以下、残部は実質的にFeからなることを特徴とする高清淨マルエージング鋼の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高清淨マルエージング鋼の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 マルエージング鋼は、 $2000\text{MPa}$ 前後の非常に高い引張強さをもつため、高比強度が要求される部材、例えば、ロケット用部品、遠心分離機部品、航空機部品、自動車用無段変速用部品等種々の用途に使用されている。その代表的な組成には、 $18\%\text{Ni}-8\%\text{Co}-5\%\text{Mo}-0.45\%\text{Ti}-0.1\%\text{Al}-\text{bal. Fe}$ が挙げられる。そして、マルエージング鋼は、強化元素として、Mo、Tiを適量含んでおり、時効処理を行うことによって、 $\text{Ni}_3\text{Mo}$ 、 $\text{Ni}_3\text{Ti}$ 、 $\text{Fe}_2\text{Mo}$ 等の金属間化合物を析出させて高強度を得ることのできる鋼である。

【0003】 このマルエージング鋼を構造用材料として用いる場合の設計強度としては、繰返し回数10の7乗回での疲労強度が用いられる。しかし、最近では繰返し応力が10の7乗回を超えて負荷される場合があり、従来の10の7乗回での疲労強度を設計強度として用いたマルエージング鋼では信頼性が低く、10の7乗回を超える繰返し回数、例えば10の8乗回程度の繰返し数を設計強度とした場合にでも充分使用に耐え得るマルエージング鋼が求められるようになった。ところで、10の7乗回以下の繰返し数での疲労強度を評価した従来の技術では、最終熱処理方法等が疲労強度を決定する重要な要素であった。しかし、マルエージング鋼において通常、10の7乗回以下の繰返し数では表面起点の疲労破断が起こるが、10の7乗回を超える繰返し数では特定の大きさより大きな非金属介在物を起点として疲労破壊を起すため、破壊のメカニズムが大きく異なる。従っ

て、10の7乗回を超える繰返し数の使用をする場合、従来に増して非金属介在物の大きさが問題となり、非金属介在物は特定の大きさ以下とする必要がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところでマルエージング鋼は、真空誘導溶解（以下、VIMと呼ぶ）等の後、真空アーク再溶解（以下、VARと呼ぶ）もしくはエレクトロスラグ再溶解（以下、ESRと呼ぶ）を施すと、均質（成分偏析が少ない）でしかも、非金属介在物の少ない鋼となることが知られている。しかしながら、上記の二重溶解で製造するマルエージング鋼にも、絶対数は少ないものの特定の大きさより大きな $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAIN等の窒化物系非金属介在物が残留し、残留した特定の大きさより大きな非金属介在物は、二重溶解後に行う熱間鍛造、熱処理、熱間圧延、冷間圧延等を行った後の素材中にもそのまま残留し、残留する特定の大きさより大きな非金属介在物を起点とした疲労破壊を生じることが心配される。本発明の目的は、マルエージング鋼の10の7乗回を超える高サイクル疲労における疲労強度を高めるために、マルエージング鋼中に残留する、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAIN等の非金属介在物を少なく且つ大きさを小さくできる高清淨マルエージング鋼の製造方法を提供することである。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上述したように、マルエージング鋼を製造する場合において、二重溶解を行うことで、成分を均質にでき易いという利点がある。本発明者等は、この利点を損なうことなく、酸化物系非金属介在物と窒化物系非金属介在物の両方の大きさを特定の大きさ以下にする製造条件について鋭意検討を行った。この検討を行うに際して、例えば、ロケット用部品、遠心分離機部品、航空機部品、自動車用無段変速用部品等、最近繰返し応力が10の7乗回を超える疲労強度が求められるようになった種々の用途の使用に耐え得る非金属介在物の大きさを検討した結果、鋼中に残留する非金属介在物の大きさが最大で $20\mu\text{m}$ 以下の長さのものであれば、繰返し応力が10の7乗回を超える疲労強度が求められる用途にも適用できることを見出した。

【0006】 そして、この非金属介在物の最大長さを $20\mu\text{m}$ 以下にする方法について検討した結果、最も効果的な方法として再溶解をESRで行うことで最終製品に近い状態で非金属介在物が $20\mu\text{m}$ 程度まで小さくできることを知見した。そして、更にESRの条件を詳細に検した結果、投入電流とモールド内径とを調整することで非金属介在物の最大長さを $20\mu\text{m}$ 以下にすることができるを見出し、本発明に到達した。即ち本発明は、ESRを行い、非金属介在物の最大長が $20\mu\text{m}$ 以下とする高清淨マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下式に従うA値が $15\text{A/mm}$ 以上にな

るようとする高清淨マルエージング鋼の製造方法である。

$$A\text{値}[\text{A/mm}] = (\text{投入電流}) / (\text{モールド内径})$$

【0007】好ましくは、上記のESRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300°Cで少なくとも5時間以上の保持を行う高清淨マルエージング鋼の製造方法である。更に好ましくは、上記のマルエージング鋼は質量%で、C:0.01%以下、Ni:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.09.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなる高清淨マルエージング鋼の製造方法である。

#### 【0008】

【発明の実施の形態】本発明の最大の特徴は、ESRを行う際に投入電流とモールド内径とを調整することで $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAIN等の窒化物系非金属介在物の両方の大きさを小さく制御できることにある。以下に、本発明を詳しく説明する。

【0009】先ず、はじめに酸化物系非金属介在物を小さくする方法について説明する。マルエージング鋼に存在する酸化物系非金属介在物は、例えば高真空のVIMで作製した電極鋼塊においても皆無にすることは不可能であり、再溶解により除去する必要がある。再溶解方法として、ESRとVARが挙げられる。ESRでは電極鋼塊を再溶解し、フラックスと呼ばれる溶解酸化物中を通過させ、その後再凝固する。この際、フラックスは酸化物系非金属介在物をこしとるフィルターの役目を果たし、電極鋼塊中に含まれていた粗大な酸化物系非金属介在物はフラックスに吸収され除去される。一方、VARでは酸化物系非金属介在物を高真空下での酸化物還元反応、または溶鋼プール内の浮上分離によって除去するが、マルエージング鋼のように酸素溶解度の低い鋼種では酸化物の還元反応は維持できず、加えて対流が発生している溶解プールにおいて完全に浮上分離することも困難であるため、一部の酸化物系非金属介在物は鋼塊中に残存する。従って、ESRを用いた場合、15μm以上の大さより大きな $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物を除去することができるが、VARの場合は20μmを超える非金属介在物の残存が生じ易いため、本発明ではESRを行うと規定した。

【0010】次に、窒化物系非金属介在物を小さくする方法について説明する。マルエージング鋼は窒素との親和力が大きいTi或いは更にAlを含有していることから、VIMにて作製したESR用の電極鋼塊製造段階でTiN、TiCNやAIN等の窒化物系非金属介在物が存在する。これらの窒化物系非金属介在物は再溶解時に、一部は $\text{TiN} \rightarrow \text{Ti} + \text{N}$ 、 $\text{TiCN} \rightarrow \text{Ti} + \text{C} + \text{N}$ や $\text{AIN} \rightarrow \text{Al} + \text{N}$ の反応により溶鋼中へ溶解し、溶存窒素や溶存炭素が増加する。また一部は完全には溶解せずに $\text{TiN}$ 、 $\text{TiCN}$ や $\text{AIN}$ 等の窒化物系非金属介在物の状態で溶鋼プール内に浮遊する。溶鋼プール内では凝固殻への抜熱により逐次凝固が進行していくが、凝固

前面付近では溶鋼温度が低下し、溶鋼中に溶存している窒素や炭素は溶解度の低下に伴ない上述の未固溶のTiN、TiCNやAIN表面上に晶出し成長していく。このようにESR時には溶鋼プール内を浮遊するTiN、TiCNやAINの存在により、TiN、TiCNやAINが大きくなる。従って鋼塊内のTiN、TiCNやAINを微細にするには、鋼塊中に含まれる窒素量を下げると併に、ESR時に溶解せずに残存するTiN、TiCNやAINをなくす、もしくはできるだけ小さくする方法をとることが必要である。

【0011】このためには溶鋼プールやスラブ浴の熱容量を大きくすることが必要である。溶鋼プールやスラブ浴の熱容量を大きくするには、ESRの入熱を大きし、かつ抜熱を小さくすることが有効であり、入熱を大きくするには電流密度を大きくすればよく、また、抜熱を小さくするには単位重量当りの冷却モールドとの接触面積を小さくする、即ちモールド内径を大きくするとよい。このようなことから、溶鋼プールおよびスラブ浴の熱容量を高めるためには、 $\{(電流密度) \times (モールド内径)\}$ を大きくすればよく、 $\{(電流密度) \times (モールド内径)\} \propto \{(投入電流) / (モールド面積) \times (モールド内径)\} \propto \{(投入電流) / (モールド内径)\}$ であるので、前式に従うA値を大きくすればよい。このため、ESRにおいてTiNやTiCN等の窒化物系非金属介在物を20μm以下に制御するためにはA値が15A/mm以上である必要がある。A値が大きすぎると凝固偏析が大きくなり問題となるが、実用上偏析許容範囲内であれば特にA値の上限はないが、30A/mm以下にすると成分偏析も抑制でき、好ましい。

【0012】なお、鋼塊内の窒素値は窒化物サイズに影響するので、ESRは外気を遮断しArで置換した雰囲気もしくは減圧下で行い、かつフラックスを追加する場合にはAr雰囲気を壊さないようArガスにてシールした管内を通して装入することにより操業中の窒素ピックアップを防止すると更に好ましい。これは、マルエージング鋼中に含まれる窒素が再溶解中に増加し、TiN、TiCNやAINが大きくなるのを防ぐことができ、上述のA値を大きくする効果をより高めることができるためである。また、ESRに使用するフラックスについては目的とするマルエージング鋼の成分が達成できれば基本的にはどのようなものであってもよいが、例えば $\text{CaF}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2$ 系又は $\text{CaF}_2-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2$ 系が好ましい。

【0013】次に、本発明では上記のESRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300°Cで少なくとも5時間以上の保持を行うと良い（この高温保持を以下ソーキングと呼ぶ）。これは、ESRで均質となった鋼塊をより成分偏析の少ないものとすることで、疲労強度を更に向上させることができるためである。このソーキングはESR後の鋼塊状態または熱間鍛造後の何れで行っても良く、より高温でより長時間行うとより成分偏析は少なくなる。しかし、保持温度が13

00°Cを超えると部分的に溶解が生じる可能性があり、逆に1000°Cより低いとその効果は低いため、1000°C~1300°Cの範囲で行うと良い。

【0014】また、ソーキングの保持時間が5時間より短いと均質化の効果が低いため、保持時間は少なくとも5時間以上必要である。また、ソーキングは二回以上行ってもよく、例えば、ESR後の鋼塊状態と熱間鍛造後の両方で行っても合計の保持時間が5時間以上であればよい。よって、ソーキングを行う場合は、鋼塊サイズ、熱間鍛造比、ソーキング加熱炉の容量、加工工程、求められる強度等を考慮して、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、少なくとも一回以上のソーキングを適宜行えば良く、勿論、熱間鍛造→ソーキング→熱間鍛造→ソーキングと言った工程でも良い。

【0015】本発明により製造したマルエージング鋼を使用するには、上述の工程後に、熱間加工または冷間加工の何れか若しくは両方を、最終製品の用途形状に応じて、適時組み合わせ成形するとよい。例えば、鋼板が必要な場合は、1100°Cにて熱間圧延を施したのち、Fe、Moを主成分とする未固溶の金属間化合物を残留させないために、760~950°Cで固溶化処理を行い、その後、冷間圧延に形を整えると併に加工歪を付加して、その後、三回目の固溶化処理を実施する事によって微細に再結晶させ、その後、時効処理を施すと良い。

【0016】次に、本発明の組成の限定理由について述べる。Cは炭化物を形成し、金属間化合物の析出量を減少させて疲労強度を低下させるため本発明ではCの上限を0.01%以下とした。Niは韌性の高い母相組織を形成させるためには不可欠の元素であるが、8.0%未満では韌性が劣化する。一方、20%を越えるとオーステナイトが安定化し、マルテンサイト組織を形成し難くなることから、Niは8.0~22.0%とした。

【0017】Coは、マトリックスであるマルテンサイト組織を安定性に大きく影響することなく、Moの固溶度を低下させることによってMoが微細な金属間化合物を形成して析出することを促進することによって析出強化に寄与するが、その含有量が5.0%未満では必ずしも十分効果が得られず、また20.0%を越えると脆化する傾向がみられることがから、Coの含有量は5.0~20.0%とした。Moは時効処理により、微細な金属間化合物を形成し、マトリックスに析出することによって強化に寄与する元素であるが、その含有量が2.0%未満の場合その効果が少なく、また9.0%を越えて含有すると延性、韌性を劣化させるFe、Moを主要元素とする粗大析出物を形成しやすくなる

ため、Moの含有量を2.0~9.0%とした。

【0018】Tiは、Moと同様に時効処理により微細な金属間化合物を形成し、析出することによって強化に寄与する元素であるが、2.0%を越えて含有させると延性、韌性が劣化する。また、Moで十分硬さが得られている場合は無添加でも良いため、Tiの含有量を2.0%以下とした。Alは脱酸作用を持つだけでなく、時効析出して強化に寄与するが、1.7%を越えて含有させると韌性が劣化することから、その含有量を1.7%以下とした。

【0019】Niは窒化物系非金属介在物を形成するため、0.003%を超えて含有すると窒化物系非金属介在物を20μm以下とすることが困難となる。よって、その含有量を0.003%以下に制限する。Pは酸化物系非金属介在物を形成するため、0.002%を超えて含有すると酸化物系非金属介在物を20μm以下とすることが困難となる。よって、その含有量を0.002%以下にした。

【0020】なお、本発明ではこれら規定する元素以外は実質的にFeとしているが、例えばBは、結晶粒を微細化するのに有効な元素であるため、韌性が劣化しない0.01%以下で含有させても良い。また、不可避的に含有する不純物元素のSi、MnはFe、Moを主用元素とする金属間化合物を粗大化させ韌性に悪影響をもたらすため、Si、Mn共に0.10%以下とすれば良い。また、P、Sも粒界脆化させたり熱間加工性を低下させるので、0.01%以下とする

#### 【0021】

【実施例】以下、実施例として更に詳しく本発明を説明する。真空溶解で鋳造した表1に示す化学組成の消耗電極鋼塊を用意し、電流密度を25000A/m<sup>2</sup>~140000A/m<sup>2</sup>、モールド径を300mm~750mmの範囲で変化させることにより、前式のA値を14A/mm~17A/mmの範囲で変化させてESRを行って鋼塊を作製した。なお、ESRのフラックスはCaF<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系のものを予めモールド内に全量装入しておき、Arにより完全に外気を遮断した状態で通電を開始した。また、その後の溶解もArで置換した雰囲気で行い、Fill Ratio(電極径/鋼塊径の比)を0.8とした。本発明のA値を17A/mmとしてESRを行ったものはA、本発明のA値を15.5A/mmとしてESRを行ったものはB、比較例のA値を14A/mmとしてESRを行ったものはCし、それぞれ下記表1のNo.の後に1A、1B、1Cと言うように記号として付して、以後説明する。

#### 【0022】

#### 【表1】

| No | C     | Ni   | Co  | Mo  | Ti   | Al   | N      | O      | B     | Fe | (mass%) |
|----|-------|------|-----|-----|------|------|--------|--------|-------|----|---------|
| 1  | 0.003 | 18.6 | 8.5 | 4.9 | 0.48 | 0.10 | 0.0010 | 0.0010 | 0.003 | 残部 |         |
| 2  | 0.003 | 18.1 | 9.4 | 4.8 | 0.49 | 0.09 | 0.0024 | 0.0015 | —     | 残部 |         |

注) —は無添加

【0023】No.1A、1B、1Cの材料は、再溶解後の鋼塊で1250°C×20時間のソーキングを行い、次いで熱間鍛造を行い熱間鍛造品とした。また、No.2A、2B、2Cの材料は、再溶解後の鋼塊に熱間鍛造を行い、1250°C×20時間のソーキングを行った。次に、これら材料に熱間圧延、820°C×2時間の固溶化処理、冷間圧延、820°C×1時間の固溶化処理と480°C×3時間の時効処理を行い、マルエージング鋼の鋼帯を作製した。

【0024】得られたマルエージング鋼の鋼帯から介在物測定用の試験片を50g採取した。採取した試験片を混酸(硝酸+塩酸)で溶解後、フィルターで沪過し、沪過面全面を走査型電子顕微鏡で観察し、最大の酸化物系非金

属介在物および窒化物系非金属介在物をそれぞれ探した。その後、最大の酸化物系非金属介在物および窒化物系非金属介在物について1000倍で観察し、最長部の長さを測定し、酸化物系非金属介在物および窒化物系非金属介在物の大きさとして、それぞれ表2に示した。表2より、酸化物系非金属介在物はESR材では比較例No.1C、2Cを含め20μm以下である。また、ESR材において、A値が大きいほど窒化物系非金属介在物が微細になっており、本発明のNo.1A、2A、1B、2Bでは20μm以下である。

【0025】

【表2】

| No. | 酸化物系非金属介在物<br>サイズ(μm) | 窒化物系非金属介在物<br>サイズ(μm) | 備考  |
|-----|-----------------------|-----------------------|-----|
| 1A  | 14                    | 6.0                   | 本発明 |
| 1B  | 16                    | 11.2                  | 本発明 |
| 1C  | 15                    | 20.8                  | 比較例 |
| 2A  | 16                    | 7.2                   | 本発明 |
| 2B  | 18                    | 10.3                  | 本発明 |
| 2C  | 18                    | 21.7                  | 比較例 |

【0026】次に、上述のマルエージング鋼帯の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、化学組成を分析した。化学組成を表3に示す。表3より、再溶解による化学成分変化はほとんど起こっていない。マルエージング鋼帯の圧延方向における先・後端部についても中央部と同様に化学組成を分析したが、中央部と差違が無かった。

【0027】次に、上述のマルエージング鋼帯の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、圧延方向および板圧方向を含む面を鏡面研磨し、EPMAの面分析で

Ti、Moについて成分偏析を評価した。表3に縞状偏析がみられたものを×、縞状偏析がみられず均質であったものを○と表示する。表3より、No.1A、1B、1C、2A、2B、2C、の何れの試料にも縞状の偏析がみられず均質である。マルエージング鋼帯の圧延方向における先・後端部についても中央部と同様に面分析を行ったが、中央部と同様、縞状の偏析がなく均質であった。

【0028】

【表3】

| No | 偏析 | (mass%) |      |     |     |      |      |        |        |       |    |
|----|----|---------|------|-----|-----|------|------|--------|--------|-------|----|
|    |    | C       | Ni   | Co  | Mo  | Ti   | Al   | N      | O      | B     | Fe |
| 1A | ○  | 0.003   | 18.6 | 8.5 | 4.9 | 0.47 | 0.10 | 0.0012 | 0.0009 | 0.002 | 残部 |
| 1B | ○  | 0.003   | 18.6 | 8.5 | 4.9 | 0.46 | 0.08 | 0.0011 | 0.0010 | 0.002 | 残部 |
| 1C | ○  | 0.003   | 18.6 | 8.5 | 4.9 | 0.50 | 0.08 | 0.0012 | 0.0009 | 0.002 | 残部 |
| 2A | ○  | 0.003   | 18.1 | 9.4 | 4.8 | 0.48 | 0.08 | 0.0020 | 0.0014 | —     | 残部 |
| 2B | ○  | 0.003   | 18.1 | 9.4 | 4.8 | 0.49 | 0.09 | 0.0021 | 0.0015 | —     | 残部 |
| 2C | ○  | 0.003   | 18.1 | 9.4 | 4.8 | 0.47 | 0.08 | 0.0020 | 0.0016 | —     | 残部 |

注) - は検出限界以下

【0029】また、本発明の製造方法を適用したNo.1A、1B、2A、2Bの鋼帯では、TiNやTiCNの窒化物系非金属介在物の大きさも、表2に示すレベルで小さいことが、EPMA用に作製した鏡面仕上げ試料の断面観察からも確認できた。一方、比較例のNo.1C、2Cでは、EPMA用に作製した鏡面仕上げ試料の断面観察からも比較的大きなTi

N、TiCNの窒化物系非金属介在物が確認され、この非金属介在物を起点とした疲労破壊が起こる可能性が大きい結果となった。また、酸化物系非金属介在物については、EPMA用に作製した鏡面仕上げ試料の全ての断面観察で確認できるものは5μm以下であり、断面観察によっては差違が確認されなかった。

## 【0030】

【発明の効果】以上のような結果から、本発明の製造方法を適用すると、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物とTiN、TiCNやAIN等の窒化物系非金属介在物の両方の大きさが小さく、しかも、成分偏析も少なくすることができる

ため、繰返し応力が10の7乗回を超える例えは10の8乗回程度の疲労強度が求められる用途にも適用できる、優れた疲労強度を有する高清淨マルエージング鋼を製造することが出来る。

## 【手続補正書】

【提出日】平成14年1月16日(2002.1.16)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エレクトロスラグ再溶解を行い、非金属介在物の最大長が20μm以下とする高清淨マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下式に従うA値が15A/mm以上になるようにすることを特徴とする高清淨マルエージング鋼の製造方法。

A値[A/mm] = (投入電流)/(モールド内径)

【請求項2】 エレクトロスラグ再溶解を行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300°Cで少なくとも5時間以上の保持を行うことを特徴とする請求項1に記載の高清淨マルエージング鋼の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2に記載のマルエージング鋼は、質量%で、C:0.01%以下、Ni:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.0～9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなることを特徴とする高清淨マルエージング鋼の製造方法。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】好ましくは、上記のESRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300°Cで少なくとも5時間以上の保持を行う高清淨マルエージング鋼の製造方法である。更に好ましくは、上記のマルエージング鋼は質量%で、C:0.01%以下、Ni:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.0～9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなる高清淨マルエージング鋼の製造方法である。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】次に、本発明の組成の限定理由について述べる。Cは炭化物を形成し、金属間化合物の析出量を減少させて疲労強度を低下させるため本発明ではCの上限を0.01%以下とした。Niは韌性の高い母相組織を形成させるためには不可欠の元素であるが、8.0%未満では韌性が劣化する。一方、22.0%を越えるとオーステナイトが安定化し、マルテンサイト組織を形成し難くなることから、Niは8.0～22.0%とした。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】

【実施例】以下、実施例として更に詳しく本発明を説明する。真空溶解で鋳造した表1に示す化学組成の消耗電極鋼塊を用意し、電流密度を25000A/m<sup>2</sup>～140000A/m<sup>2</sup>、モールド径を300mm～750mmの範囲で変化させることにより、前式のA値を14A/mm～17A/mmの範囲で変化させてESRを行って鋼塊を作製した。なお、ESRのフラックスはCaF<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系のものを予めモールド内に全量装入しておき、Arにより完全に外気を遮断した状態で通電を開始した。また、その後の溶解もArで置換した雰囲気を行い、Fill Ratio(電極径/鋼塊径の比)を0.8とした。本発明のA値を17A/mmとしてESRを行ったものはA、本発明のA値を15.5A/mmとしてESRを行ったものはB、比較例のA値を14A/mmとしてESRを行ったものはCとし、それぞれ下記表1のNo.の後に1A、1B、1Cと言うように記号として付して、以後説明する。

## 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】次に、上述のマルエージング鋼帶の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、圧延方向および板厚方向を含む面を鏡面研磨し、EPMAの面分析でTi、Moについて成分偏析を評価した。表3に縞状偏析がみられたものを×、縞状偏析がみられず均質であったも

のを○と表示する。表3より、No.1A、1B、1C、2A、2B、2C、の何れの試料にも縞状の偏析がみられず均質である。マルエージング鋼帶の圧延方向における先・後端

部についても中央部と同様に面分析を行ったが、中央部と同様、縞状の偏析がなく均質であった。

---

フロントページの続き

F ターム(参考) 4K032 AA01 AA04 AA10 AA20 AA21  
AA24 AA25 AA26 AA35 CA02  
CA03